

LAPORAN
PRAKTIK KERJA LAPANGAN
PENGARUH REDUKTOR DAN PH HIDROLISIS PADA SINTESIS TiO₂
DARI ILMENIT BANGKA
PUSAT SAINS DAN TEKNOLOGI AKSELERATOR
BADAN TENAGA NUKLIR NASIONAL
YOGYAKARTA
16 Juli – 16 Agustus 2018



Disusun Oleh :

Nama : Dwi Rahmawati

NIM : 21150276D

Jurusan : S1 Teknik Kimia

FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SETIA BUDI SURAKARTA

2018

LEMBAR PENGESAHAN I

PENGARUH REDUKTOR DAN PH HIDROLISIS PADA SINTESIS TiO_2 DARI ILMENIT BANGKA

16 Juli – 16 Agustus 2018

Disusun oleh : Dwi Rahmawati

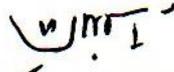
Telah disetujui pada :

Tanggal 10 Januari 2019

Menyetujui.

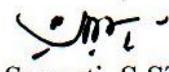
Kepala Bidang Teknologi Proses

Pembimbing



Suyanti, S.ST

NIP 19630615 198402 2 001



Suyanti, S.ST

NIP 19630615 198402 2 001

Plt. Kepala
Pusat Sains dan Teknologi Akselerator



Edy Kurniawan Putra, Ph.D

NIP 19630615 199403 1 003

LEMBAR PENGESAHAN II

PENGARUH REDUKTOR DAN PH HIDROLISIS PADA SINTESIS TiO_2 DARI ILMENIT BANGKA

16 Juli – 16 Agustus 2018

Disusun oleh : Dwi Rahmawati

Telah diperiksa dan disetujui pada :

Tanggal 23 Januari 2019

Disahkan oleh :

Kepala Program Studi

Pembimbing Laporan



Ir. Dewi Astuti Herawati, S.T., M.Eng
NIS01199601032053



Narimo, S.T., MM
NIS01199609021057

Mengetahui,
Dekan Fakultas Teknik



Ir. Petrus Darmawan, S.T., M.T
NIS01199905141068

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim

Segala puji bagi Allah SWT, atas rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan **Laporan Praktik Kerja Lapangan di Pusat Sains Dan Teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) Yogyakarta**. Shalawat serta salam penulis ucapkan kepada Nabi akhir zaman Nabi Muhammad SAW, yang telah mengeluarkan kita dari zaman kebodohan. Laporan ini disusun sebagai penilaian hasil magang yang telah dilaksanakan di PSTA-BATAN Yogyakarta selama satu bulan. Penulis menyadari penulisan Laporan PKL ini tidak akan selesai tanpa bantuan dari berbagai pihak. Untuk itu penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Allah SWT yang telah memberi anugerahnya sehingga kami dapat menyelesaikan laporan praktik kerja lapangan di PSTA-BATAN Yogyakarta.
2. Bapak Edy Giri Rachman Putra, Ph.D selaku Plt. Kepala PSTA-BATAN Yogyakarta.
3. Ibu Suyanti S.ST selaku Kepala Bidang Teknologi Proses PSTA-BATAN Yogyakarta dan sekaligus selaku pembimbing PKL.
4. Bapak Ir. Petrus Darmawan S.T.,M.T. selaku Dekan Fakultas Teknik Universitas Setia Budi Surakarta
5. Ibu Ir. Dewi Astuti Herawati S.T.,M.Eng. selaku Ketua Program Studi Teknik Kimia Universitas Setia Budi Surakarta
6. Bapak Narimo S.T.,M.M. selaku Pembimbingdi Universitas Setia Budi Surakarta.
7. Ibu Suprihati A.Md. selaku pembimbing lapangan di PSTA-BATAN Yogyakarta
8. Seluruh staf karyawan / karyawan PSTA-BATAN
9. Teman – Teman dari Universitas Setia Budi serta teman – teman dari SMK 2 Depok Yogyakarta sebagai rekan praktek kerja lapangan.



Akhir kata semoga laporan kerja praktek lapangan ini dapat memberikan banyak manfaat bagi kita semua.

Yogyakarta, 16 Agustus 2018

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN I.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN II.....	iii
KATA PENGANTAR	iv
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR GAMBAR	
DAFTAR TABEL.....	
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang.....	1
1. Latar Belakang Masalah Umum.....	1
2. Latar Belakang Masalah Khusus	2
B. Rumusan Masalah.....	3
1. Rumusan Masalah Umum	3
2. Rumusan Masalah Khusus	3
C. Tujuan.....	3
1. Tujuan Umum	3
2. Tujuan Khusus	3
D. Manfaat Praktek Kerja Lapangan	4
BAB II TINJAUAN UMUM INSTANSI	5
II.1 Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN).....	5
II.1.1 Profil Badan Tenaga Nuklir Nasional.....	5
A. Tinjauan Umum Perusahaan.....	5
1. Visi dan Misi BATAN	5
2. Prinsip BATAN	5
3. Nilai-nilai BATAN	5

4. Pedoman BATAN.....	6
5. Tujuan BATAN	6
6. Sasaran BATAN	6
7. Sejarah dan Perkembangan BATAN.....	7
8. Kedudukan BATAN	9
9. Tugas BATAN.....	9
10. Fungsi BATAN.....	9
11. Struktur Organisasi BATAN.....	10
12. Profil Pusat Sains dan Teknologi Akselerator (PSTA)	11
13. Misi, Prinsip, dan Nilai PSTA.....	11
14. Sejarah dan Perkembangan PSTA.....	12
15. Tugas dan Fungsi PSTA	13
16. Struktur Organisasi PSTA.....	14
17. Fasilitas PSTA	14
BAB III TINJAUAN PUSTAKA	15
III.1 Bahan Baku Pengolahan Optimasi Sintesis TiO ₂	15
III.1.1 Ilmenit Bangka	15
III.1.2 Titanium Dioksida	17
III.2 Pelindian Ilmenit	21
III.3 Validasi Proses Pelindian	23
III.4 Analisis Menggunakan XRF	24
III.4.1 <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	24
BAB IV METODOLOGI.....	27
1. Bahan yang digunakan.....	27
2. Alat yang digunakan	27
3. Tata Kerja	29



3.1 Pelindian pasir Ilmenit	29
3.2 Pelindian Tingkat II	30
3.3 Variasi Metode.....	30
3.4 Analisis menggunakan <i>X-Ray flourence</i> (XRF)	32
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN	34
1. Pelindian Ilmenit.....	34
2. Validasi proses pelindian	36
3. Sintesa TiO ₂ dari ilmenit.....	40
BAB VI PENUTUP	41
A. Kesimpulan.....	41
B. Saran.....	41
DAFTAR PUSTAKA	42
LAMPIRAN	45

DAFTAR GAMBAR

Gambar III.1 Ilmenit	16
Gambar III.2 Struktur Kristal Ilmenit	16
Gambar III.3 Struktur Kristal TiO ₂	19
Gambar IV.1 Skema rangkaian peralatan pelindian	28
Gambar IV.2 Rangkaian peralatan pelindian yang dipakai	28

DAFTAR TABEL

Tabel II.1 Anggota Panitia Untuk Penyelidikan Radioaktivitas	7
Tabel III.1 Perbandingan Sifat Struktur Kristal	20
Tabel V.1 Analisis ilmenit hasil tanding pasir zircon	34
Tabel V.2 Data pengulangan pelindian terhadap berat residu dan kadar unsur dalam residu	35
Tabel V.3 Kadar berat unsur dalam residu dan efisiensi pelindian unsur dalam ilmenit	36
Table 5 <i>Level and Ranger for Determining Accuracy</i> .	38
Table 4 <i>Analytc Concentration Versus Precision Within or Between Days</i>	39
Tabel V.4 Pengaruh metode sintesis TiO ₂ terhadap berat TiO ₂ yang terbentuk, kadar unsur dan kadar oksida Ti, Fe dan Sn	40
Tabel V.5 Rekoveri atau efisiensi pembentukan TiO ₂ pada berbagai metode sintesis TiO ₂	41

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

1. Latar Belakang Masalah Umum

Seiring dengan perkembangan zaman dan ilmu pengetahuan serta teknologi yang semakin maju pesat, khususnya di bidang sains, maka mahasiswa dituntut untuk bekerja mandiri dan mempunyai suatu keahlian atau keterampilan agar mampu bersaing dalam dunia kerja. Oleh sebab itu, mahasiswa perlu terjun langsung ke lapangan sebelum masa studi berakhir dengan kegiatan magang. Kegiatan magang pada dasarnya adalah untuk membandingkan antara teori yang diterima di perkuliahan dan kenyataan yang terjadi di lapangan. Diadakannya kegiatan magang ini diharapkan dapat melatih mahasiswa untuk bekerja mandiri dan belajar dari realita yang ada dalam masyarakat serta dapat menambah wawasan mahasiswa.

Menimbang pentingnya kegiatan Kerja Praktik Lapangan, maka kegiatan ini dijadikan salah satu mata kuliah wajib yang harus ditempuh oleh setiap mahasiswa S1 Program Studi Teknik Kimia di Universitas Setia Budi Surakarta dalam masa studinya. Tujuan dari mata kuliah ini adalah untuk memberikan kesempatan kepada mahasiswa untuk mengasah keterampilan dan menerapkan ilmu yang telah diperoleh serta melakukan perpaduan antara teori dan praktek yang terjadi di lapangan. Selain itu, dengan terjun langsung ke lapangan, dapat melatih mahasiswa untuk bersosialisasi dan bekerjasama dengan lingkungan kerjanya.

Menimbang bahwa Kerja Praktik Lapangan merupakan pengenalan dan pembekalan dunia kerja bagi mahasiswa, maka kami memilih Pusat Sains dan Teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) Yogyakarta sebagai tempat untuk menerapkan ilmu yang kami peroleh dari

bangku perkuliahan. Kerja Praktik Lapangan (PKL) ini dilaksanakan pada 16 Juli-16 Agustus 2018. Setelah diadakannya kegiatan PKL ini, diharapkan mahasiswa memiliki pandangan luas mengenai dunia kerja yang akan ditempuh setelah masa studi selesai.

2. Latar Belakang Masalah Khusus

Indonesia merupakan negara yang memiliki sumber daya alam yang sangat melimpah terutama mineral alamnya. Ilmenit merupakan mineral alam yang tersusun atas mineral titanium, besi dan mineral lainnya. Pada umumnya di Indonesia ilmenit ditemukan sebagai mineral tunggal dan mineral yang tercampur dengan mineral lainnya seperti bijih timah. Ilmenit sebagai mineral tunggal banyak ditemukan di pulau Kalimantan, sedangkan ilmenit yang tercampur dengan bijih timah ditemukan di pulau Bangka dan pulau Belitung (Wahyuningsih *et al.*, 2016).

Ilmenit dapat diolah menjadi titania atau titanium dioksida (TiO_2) yang banyak digunakan dalam industri cat, tinta, kertas, karet, keramik dan obat-obatan (Samal *et al.*, 2008; Samal *et al.*, 2009). Ilmenite memasok sekitar 91% dari permintaan dunia akan mineral titanium dan ilmenit dunia produksi mencapai 5,19 juta metrik ton pada 2009 (Zhang *et al.*, 2011). Saat ini kebutuhan titanium oksida (TiO_2) di Indonesia semakin meningkat terutama untuk pigmen. Kebutuhan ini kebanyakan dipasok melalui impor TiO_2 dalam jumlah yang cukup besar sehingga berdampak pada pertumbuhan ekonomi dalam negeri (Subagja *et al.*, 2017)..

Mineral ilmenit di Indonesia yang melimpah dapat dijadikan solusi pemerintah dalam mengatasi kebutuhan TiO_2 yang terus meningkat. Apabila ilmenit Indonesia dapat dimanfaatkan menjadi TiO_2 maka akan memberikan dampak positif bagi peningkatan nilai tambah ilmenit Indonesia dan pembangunan nasional. Hal tersebut memicu berbagai lembaga penelitian, institusi pendidikan dan industri melakukan penelitian untuk memproduksi TiO_2 mineral alam yaitu ilmenit yang saat ini kurang maksimal dimanfaatkan. Salah satu metode pengambilan TiO_2 ini adalah dengan



metode pelindian (*leaching*) dengan asam sulfat (Mohar *et al.*, 2013). Pada penelitian ini, akan dikaji pengaruh konsentrasi asam sulfat pada pelindian pasir ilmenit yang berasal dari hasil samping penambangan timah pulau Bangka.

B. Rumusan Masalah

Rumusan masalah Kerja Praktik Lapangan (PKL) ini adalah:

1. Rumusan Masalah Umum

- a. Apakah mahasiswa mampu mengaplikasikan teori yang telah didapatkan dalam perkuliahandi dunia kerja khususnya di PSTA-BATAN?
- b. Pengalaman apa yang diperoleh mahasiswa saat Kerja Praktik Lapangan (PKL) di PSTA-BATAN?

2. Rumusan Masalah Khusus

- a. Bagaimana cara sintesis TiO_2 dari pasir ilmenit?
- b. Bagaimana cara pelindian ilmenit, reduksi dan hidrolisis, kalsinasi dan analisis dengan *X-Ray Fluorescence*(XRF)?

C. Tujuan

Tujuan Kerja Praktik Lapangan (PKL) ini adalah:

1. Tujuan Umum

- a. Mahasiswa mampu mengaplikasikan teori yang telah didapatkan dalam perkuliahandi dunia kerja.
- b. Mahasiswa memperoleh pengalaman kerja di PSTA-BATAN sebelum menghadapi dunia kerja yang akan dijalankan setelah masa perkuliahan selesai.

2. Tujuan Khusus

- a. Mengetahui cara sintesis TiO_2 dari pasir ilmenit
- b. Mengetahui cara pelindian, reduksi hidrolisis, kalsinasi dan analisis dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

D. Manfaat Praktek Kerja Lapangan

Praktek Kerja Lapangan yang telah dilakukan ini diharapkan dapat memberikan manfaat, yaitu :

1. Bagi mahasiswa
Memperoleh pengalaman dan wawasan baru serta dapat menerapkan ilmu pengetahuan yang diperoleh selama kuliah dalam dunia kerja.
2. Bagi institusi Universitas Setia Budi Surakarta, manfaat kerja praktek ini adalah untuk meningkatkan kerja sama lebih lanjut dalam rangka meningkatkan wawasan, kualitas dan mutu pendidikan, khususnya pada bidang produksi.
3. Menjalin hubungan kerjasama dengan Pusat Sains dan Teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir Nasional dalam program Praktek Kerja Lapangan.
4. Bagi Pusat Sains dan Teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir Nasional (PSTA - BATAN). Menjalin kerjasama dalam bidang ilmiah untuk saling bertukar informasi ilmiah dan sebagai mitra penelitian di Pusat Sains dan Teknologi Akselerator Badan Tenaga Nuklir Nasional (PSTA - BATAN).

BAB II

TINJAUAN UMUM INSTANSI

II.1 Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN)

II.1.1. Profil Badan Tenaga Nuklir Nasional

A. Tinjauan Umum Perusahaan

BATAN adalah Lembaga Pemerintah Non Departemen yang dipimpin oleh seorang Kepala yang dikoordinasikan oleh Menteri Negara Riset dan Teknologi dan bertanggung jawab kepada Presiden.

1. Visi dan Misi BATAN

a. Visi BATAN

BATAN unggul di tingkat regional, berperan dalam percepatan kesejahteraan menuju kemandirian bangsa.

b. Misi BATAN

- 1.) Merumuskan kebijakan dan strategi nasional iptek nuklir.
- 2.) Mengembangkan iptek nuklir yang handal, berkelanjutan, dan bermanfaat bagi masyarakat.
- 3.) Memperkuat peran BATAN sebagai pemimpin di tingkat regional dan berperan aktif secara internasional.
- 4.) Melaksanakan layanan prima pemanfaatan iptek nuklir demi kepuasan pemangku kepentingan.
- 5.) Melaksanakan diseminasi iptek nuklir dengan menekankan pada asas kemanfaatan, keselamatan, dan keamanan.

2. Prinsip BATAN

Segenap kegiatan IPTEK nuklir dilaksanakan secara profesional untuk tujuan damai dengan mengutamakan prinsip keselamatan dan keamanan, serta kelestarian lingkungan hidup.

3. Nilai-nilai BATAN

Segenap kegiatan nuklir dilandasi nilai-nilai:



- a. *Visionary, Innovative, Excelent, dan Accountable.*
- b. Kejujuran, kedisiplinan, keterbukaan, tanggung jawab, kreatif, dan kesetiakawanan.

4. Pedoman BATAN

Serta berpegang pada lima (5) pedoman BATAN yaitu:

- a. Berjiwa pioner,
- b. Bertradisi ilmiah,
- c. Berorientasi industri,
- d. Mengutamakan keselamatan, dan
- e. Komunikatif

5. Tujuan BATAN

Tujuan pengembangan IPTEK nuklir adalah memberikan dukungan nyata dalam pembangunan nasional dengan peran:

- a. Meningkatkan hasil LITBANG energi nuklir, isotop, dan radiasi, dan pemanfaatan/pendayagunaannya oleh masyarakat dalam mendukung program pembangunan nasional.
- b. Meningkatkan kinerja manajemen kelembagaan dan penguatan sistem inovasi dalam rangka mendukung penelitian, pengembangan, dan penerapan energi nuklir, isotop, dan radiasi.

6. Sasaran BATAN

Sasaran pembangunan IPTEK nuklir yang ingin dicapai adalah:

- a. Peningkatan hasil LITBANG enisora berupa bibit unggul tanaman pangan, tersedianya infrastruktur dasar pembangunan PLTN, pemahaman masyarakat terhadap teknologi nuklir, pemanfaatan aplikasi teknologi isotop dan radiasi untuk kesehatan, dan
- b. Peningkatan kinerja manajemen kelembagaan dan penguatan sistem inovasi meliputi kelembagaan IPTEK, sumber daya IPTEK, dan penguatan jejaring IPTEK dalam rangka mendukung pemanfaatan hasil penelitian, pengembangan, dan penerapan energi nuklir, isotop, dan radiasi di masyarakat.

7. Sejarah dan Perkembangan BATAN

Kegiatan ketenaga atoman di Indonesia sudah mulai berkembang pada tahun 1954, ditindak lanjuti oleh pemerintah dengan membentuk Panitia Negara untuk menyelidiki Radioaktivitas melalui Keputusan Presiden Nomor 230 Tahun 1954 tanggal 23 November 1954 oleh Presiden Soekarno. Sebagai ketua, adalah Prof. Dr. G.A. Siwabessy dengan para anggota yang berjumlah 11 orang, sebagaimana yang ditunjukkan Tabel 1

Tabel II. 1. Anggota Panitia untuk penyelidikan Radioaktivitas

NO.	NAMA	KEMENTERIAN
1.	Dr. Sjahriar Rassad	Kementrian Kesehatan
2.	Charidji Kesuma	Kementrian Pertanian
3.	Prof. Ir. Johannes	Kementrian PP dan K
4.	Ir. Sudjito Danuseputro	Kementrian Perhubungan
5.	Prof. Ir. Gunarso	Kementrian Perhubungan
6.	Prof. Dr. Bahder Djohan	Kementrian PMI Pusat
7.	Dr. Rubiono Kertopati	Kementrian Jawatan Sandi
8.	Suwito	Kementrian Penerangan
9.	Ir. Inkiriwang	Kementrian PU dan Tenaga
10.	Kolonel Adam	Kementrian Pertahanan
11.	Mayor Udara Dr. Sarjanto	Kementrian Pertahanan

Adapun seksi-seksi dalam kepanitiaan itu, antara lain:

- a. Seksi Penerangan dan Perlindungan,
- b. Seksi Fisika, Kimia, dan Teknologi,
- c. Seksi Efek Biologi dan Perlindungan,
- d. Seksi Geologi dan Geofisika.

Panitia ini bertugas untuk menyelidiki radioaktiviteit dan ketenaga atoman, penyelidikan pemakaian tenaga atom sebagai suatu energi baru dalam masa pembangunan, dan memberikan penerangan kepada masyarakat

tentang akibat-akibat negatif yang dapat ditimbulkan atau diambil dari tenaga atom.

Pada tahun 1958 setelah panitia tersebut memberikan laporan kepada pemerintah yang dipandang perlu untuk lebih meningkatkan dan mengembangkan kegiatan tenaga atom sebagai tujuan damai, maka melalui Peraturan Pemerintah Nomor 65 tanggal 5 Desember tahun 1958, pemerintah membentuk Lembaga Tenaga Atom dengan tugas melaksanakan, mengatur, dan mengawasi penyelidikan dan penggunaan tenaga atom di Indonesia demi keselamatan dan kepentingan umum. Mengingat bahwa penggunaan tenaga atom juga berpengaruh pada kehidupan dunia politik internasional, selain LTA juga dibentuk Dewan Tenaga Atom yang bertugas sebagai Badan Penasehat Presiden dalam memberikan pertimbangan-pertimbangan dari segi politis strategis dalam merumuskan kebijaksanaan di bidang tenaga atom.

Berdasarkan Undang-Undang Nomor 31 tanggal 26 November tahun 1964 dan Keputusan Presiden Nomor 206 tanggal 5 Juli tahun 1965, Lembaga Tenaga Atom diubah namanya menjadi Badan Tenaga Atom Nasional, dipimpin oleh seorang Direktur Jendral dan bertanggung jawab langsung kepada Presiden.

Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN) berubah nama menjadi Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) berdasarkan Undang-Undang No. 10 tahun 1997 tentang Ketenaganukliran (Lembaran Negara tahun 1997 Nomor 23, Tambahan Lembaran Negara Nomor 3676) dan berdasarkan pada Keputusan Presiden Nomor 103 tahun 2001 tentang kedudukan, tugas, fungsi, kewenangan, susunan organisasi, dan tata kerja lembaga pemerintah non departemen sebagaimana telah beberapa kali diubah terakhir dengan Peraturan Pemerintah Nomor 11 tahun 2005 dan mengingat Keputusan Presiden Nomor 110 tahun 2001 tentang Susunan Organisasi dan Tugas Lembaga Pemerintah Non Departemen sebagaimana telah beberapa kali diubah, dan terakhir dengan Peraturan Pemerintah Nomor 12 tahun 2005, serta Keputusan Presiden Nomor 104/M tahun 2002.

Dengan memperhatikan Persetujuan Menteri Negara Koordinator Bidang Pengawasan Pembangunan dan Pendayagunaan Aparatur Negara dalam surat bernomor B/1591/M.PAN/8/2005 tanggal 24 Agustus 2005, maka Kepala BATAN memutuskan untuk mengeluarkan Peraturan Kepala BATAN Nomor 392/KA/XI/2005 tanggal 24 November 2005 tentang Organisasi dan Tata Kerja Badan Tenaga Nuklir Nasional.

8. Kedudukan BATAN

BATAN adalah Lembaga Pemerintah Non Departemen yang dipimpin oleh seorang Kepala yang dikoordinasikan oleh Menteri Negara Riset dan Teknologi dan bertanggung jawab kepada Presiden.

9. Tugas BATAN

Melaksanakan tugas pemerintahan di bidang penelitian, pengembangan, dan pemanfaatan tenaga nuklir sesuai dengan peraturan perundang-undangan yang berlaku.

10. Fungsi BATAN

Dalam melaksanakan tugasnya, BATAN menyelenggarakan fungsi:

- a. Pengkajian dan penyusunan kebijaksanaan nasional di bidang penelitian, pengembangan, dan pendayagunaan ilmu pengetahuan dan teknologi nuklir;
- b. Koordinasi kegiatan fungsional dalam pelaksanaan tugas BATAN;
- c. Pelaksanaan penelitian, pengembangan, dan pendayagunaan ilmu pengetahuan dan teknologi nuklir;
- d. Fasilitasi dan pembinaan terhadap kegiatan instansi pemerintah dan lembaga lain di bidang penelitian, pengembangan, dan pendayagunaan ilmu pengetahuan dan teknologi nuklir;
- e. Pelaksanaan pembinaan dan pemberian dukungan administrasi kepada seluruh unit organisasi di lingkungan BATAN;
- f. Pelaksanaan pengelolaan standardisasi dan jaminan mutu nuklir;
- g. Pembinaan pendidikan dan pelatihan;
- h. Pengawasan atas pelaksanaan tugas BATAN; dan

- i. Penyampaian laporan, saran, dan pertimbangan di bidang penelitian, pengembangan, dan pendayagunaan ilmu pengetahuan dan teknologi nuklir.

11. Struktur Organisasi BATAN

Susunan organisasi BATAN terdiri dari:

- a. Kepala;
- b. Sekretariat Utama;
 - 1.) Biro Perencanaan;
 - 2.) Biro Sumber Daya Manusia dan Organisasi;
 - 3.) Biro Umum;
 - 4.) Biro Hukum, Humas, dan Kerjasama.
- c. Deputi Bidang Sains dan Aplikasi Teknologi Nuklir;
 - 1.) Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju;
 - 2.) Pusat Sains dan Teknologi Akselerator;
 - 3.) Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan;
 - 4.) Pusat Teknologi Keselamatan dan Metrologi Radiasi;
 - 5.) Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi.
- d. Deputi Bidang Teknologi Nuklir;
 - 1.) Pusat Teknologi Bahan Galian Nuklir;
 - 2.) Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir;
 - 3.) Pusat Teknologi dan Keselamatan Reaktor Nuklir;
 - 4.) Pusat Kajian Sistem Energi Nuklir;
 - 5.) Pusat Teknologi Limbah Radioaktif.
- e. Deputi Bidang Pendayagunaan Teknologi Nuklir;
 - 1.) Pusat Rekayasa Fasilitas Nuklir;
 - 2.) Pusat Teknologi Radioisotop dan Radiofarmaka;
 - 3.) Pusat Diseminasi dan Kemitraan;
 - 4.) Pusat Reaktor Serbaguna;
 - 5.) Pusat Pendayagunaan Informatika dan Kawasan Strategi Nuklir.
- f. Inspektorat;
 - 1.) Pusat Standarisasi dan Mutu Nuklir;

2.) Pusat Pendidikan dan Pelatihan.

12. Profil Pusat Sains dan Teknologi Akselerator (PSTA)

Pusat Sains dan Teknologi Akselerator adalah salah satu fasilitas yang dimiliki oleh BATAN. Kedudukannya dibawah Deputi Bidang Sains dan Aplikasi Teknologi Nuklir, dan dipimpin oleh seorang Kepala yang bertanggungjawab kepada Deputi Bidang Sains dan Aplikasi Teknologi Nuklir. Dalam melaksanakan tugasnya, Kepala PSTA dibantu oleh 7 (tujuh) orang staf eselon III antara lain, seorang Kepala Bagian, 4 (empat) orang Kepala Bidang, dan 2 (dua) orang Kepala Unit, yaitu Kepala Unit Pengamanan dan Kepala Unit Jaminan Mutu.

13. Misi, Prinsip, dan Nilai PSTA

a. Misi PSTA

- 1.) Mengembangkan sains dan teknologi akselerator, proses dan instrumentasi nuklir yang handal dan bermanfaat bagi masyarakat.
- 2.) Mendukung kebijakan pemerintah di bidang minerba melalui pengembangan *pilot plant* pemurnian LTJ dan Zr.
- 3.) Memperkuat peran reaktor Kartini sebagai reaktor pendidikan dan pelatihan (melalui pengembangan simulator hibrid dan IRL) dan sebagai fasilitas aplikasi TAN.
- 4.) Penerapan sistem manajemen terintegrasi untuk sistem manajemen mutu, laboratorium pranata litbang, laboratorium pengujian, sistem manajemen keselamatan, lingkungan dan keamanan.
- 5.) Diseminasi sains nuklir dasar (*basic*) di wilayah Joglosumarto (Jogja, Solo, Semarang, Purwokerto).

b. Prinsip PSTA

Segenap kegiatan dalam rangka mewujudkan IPTEK akselerator dan proses bahan untuk peningkatan nilai tambah sumber daya alam lokal dan penyediaan energi berwawasan lingkungan, dilaksanakan secara profesional dengan mengutamakan prinsip keselamatan dan keamanan.

c. Nilai PSTA

Segenap kegiatan dalam rangka mewujudkan IPTEK akselerator dan proses bahan untuk peningkatan nilai tambah sumber daya alam lokal dan penyediaan energi berwawasan lingkungan dilandasi nilai-nilai kejujuran, kedisiplinan, keterbukaan, tanggung jawab, kreatif, dan kesetiakawanan.

14. Sejarah dan Perkembangan PSTA

Pusat Sains dan Teknologi Akselerator menurut sejarah awalnya (tahun 1960 sampai dengan Februari 1967) merupakan sebuah proyek kerjasama antara Universitas Gajah Mada dengan Lembaga Tenaga Atom (sekarang BATAN) dalam bidang penelitian nuklir. Proyek ini diberi nama Proyek GAMA, dan bertempat di Fakultas Ilmu Pasti dan Alam (FIPA)-UGM.

Berdasarkan KEPRES No. 229 tanggal 16 Oktober 1968 di Yogyakarta, pemerintah mendirikan **Pusat Penelitian Tenaga Atom Gama** (PUSLIT GAMA) dibawah BATAN yang masih bertempat di FIPA UGM. Tanggal 15 Desember 1974 PUSLIT GAMA dipindahkan ke Jalan Babarsari dan diresmikan oleh Direktur Jendral BATAN Prof. Ahmad Baiquni, MSc.

Tanggal 1 Maret 1979, Presiden RI kedua, Soeharto, meresmikan penggunaan reaktor nuklir hasil rancang bangun putra-putri Indonesia dan Komplek Pusat Penelitian Tenaga Atom Gama di Babarsari, dan reaktor ini diberi nama **Reaktor Kartini**, diambil dari nama seorang pahlawan bangsa yang telah berhasil menggugah emansipasi kaum wanita Indonesia untuk berperan aktif dalam ikut membangun bangsa dan negara Indonesia.

Berdasarkan KEPRES No. 14 tanggal 20 Februari 1980 dan SK Dirjen BATAN No. 31/DJ/13/IV/81 tanggal 13 April 1981, maka Pusat Penelitian Tenaga Atom Gama diubah namanya menjadi Pusat Penelitian Bahan Murni dan Instrumentasi (PPBMI).

Kemudian berdasarkan Keputusan Presiden Nomor 82 tanggal 31 Desember 1985, dan SK Dirjen BATAN Nomor 127/DJ/XII/86 tanggal 10 Desember 1986, Pusat Penelitian Bahan Murni dan Instrumentasi diubah namanya menjadi Pusat Penelitian Nuklir Yogyakarta (PPNY).

Pusat Penelitian Nuklir Yogyakarta (PPNY) berubah nama menjadi Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Maju (P3TM) berdasarkan Surat Keputusan BATAN Nomor 73/KA/IV/1999 tanggal 1 April 1999 tentang Organisasi dan Tata Kerja Badan Tenaga Nuklir Nasional.

Berdasarkan Peraturan Kepala BATAN Nomor 392/KA/XI/2005 tanggal 24 November 2005 tentang Organisasi dan Tata Kerja Badan Tenaga Nuklir Nasional, nama P3TM diubah menjadi Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan (PTAPB).

Berdasarkan Perka BATAN Nomor 14 Tahun 2013, Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan (PTAPB) berubah nama menjadi Pusat Sains dan Teknologi Akselerator (PSTA).

15. Tugas dan Fungsi PSTA

Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan mempunyai tugas melaksanakan penelitian dan pengembangan di bidang teknologi akselerator dan fisika nuklir, kimia, dan teknologi proses bahan industri nuklir, pelayanan pendayagunaan reaktor riset serta melaksanakan pelayanan pengendalian keselamatan kerja dan pelayanan kesehatan. Dalam melaksanakan tugasnya Pusat Sains dan Teknologi Akselerator menyelenggarakan fungsi:

- a. Pelaksanaan urusan perencanaan, persuratan dan kearsipan, kepegawaian, keuangan, perlengkapan dan rumah tangga, dokumentasi ilmiah dan publikasi serta pelaporan;
- b. Pelaksanaan penelitian dan pengembangan di bidang fisika partikel;
- c. Pelaksanaan penelitian dan pengembangan di bidang Teknologi Proses;
- d. Pelaksanaan pengelolaan reaktor riset;
- e. Pelaksanaan pemantauan keselamatan kerja dan pengelolaan keteknikan;
- f. Pelaksanaan jaminan mutu;
- g. Pelaksanaan pengamanan nuklir; dan
- h. Pelaksanaan tugas lain yang diberikan oleh Deputi Bidang Sains dan Aplikasi Teknologi Nuklir.



16. Struktur Organisasi PSTA

Pusat Sains dan Teknologi Akselerator terdiri dari:

- a. Bagian Tata Usaha;
- b. Bidang Fisika Partikel;
- c. Bidang Teknologi Proses;
- d. Bidang Reaktor;
- e. Bidang Keselamatan Kerja dan Keteknikan;
- f. Unit Jaminan Mutu;
- g. Unit Keamanan Nuklir;
- h. Kelompok jabatan fungsional

17. Fasilitas PSTA

Agar pelaksanaan tugas dari PSTA dapat terlaksana dengan baik dan kesejahteraan para karyawan dan keluarga karyawan dapat terpenuhi, maka PSTA menyediakan beberapa fasilitas umum, antara lain:

- a. Setiap karyawan merupakan anggota ASKES;
- b. Poliklinik Umum;
- c. Auditorium;
- d. Perpustakaan;
- e. Kantin (makan siang karyawan);
- f. Dana Kesehatan Bersama;
- g. Koperasi (KPRI “Karya Nuklida”)
- h. Lapangan dan Peralatan Olahraga (Tenis, Tenis Meja, Sepak Bola, *Volley*);
- i. Peralatan musik (Gamelan, Keroncong, Band).

BAB III

TINJAUAN PUSTAKA

III.1 Bahan Baku Pengolahan Optimasi Sintesis TiO_2

III.1.1. Ilmenit Bangka

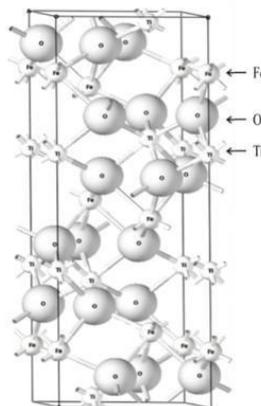
Ilmenite adalah pasir atau batu hitam yang mempunyai rumus kimia FeTiO_3 . Umumnya di dalam pasir ilmenit terdapat *impurities* berupa besi oksida bervalensi tiga dan silika (Nugroho *et al.*, 2005). Ilmenite merupakan mineral titanium-besi oksida yang bersifat magnetik lemah dan berwarna hitam dan abu-abu. Pada tahun 1990, seorang peneliti bernama Gregor mampu memisahkan pasir hitam dari pasir magnetik yang dikenal sebagai ilmenite (FeTiO_3) (Ikhwan, 2007). Ilmenite (mineral FeTiO_3) merupakan mineral yang menarik dan cukup penting secara ekonomi. Indonesia adalah salah satu negara yang mempunyai cadangan ilmenite (Hendartno, 1999 dan Sumardi, 1999). Mineral ilmenite mengandung titanium dan besi di berbagai negara dan kandungan TiO_2 di dalam ilmenite kisaran 35% sampai 65% (Kogal *et al.*, 1994). Secara komposisi, ilmenite terdiri atas 36,80% Fe; 31,57% Ti dan 31,63% O atau 52,66% TiO_2 dan 47,33% Fe_2O_3 . Secara teori, ilmenite mengandung 31,6% titanium (setara dengan 52,67% TiO_2), 36,8% Fe dan oksigen yang seimbang. Sifat-sifat ilmenite diantaranya adalah memiliki sifat kemagnetan yang lemah, rapuh, berwarna gelap dan tidak tembus cahaya. Ilmenite memiliki densitas $2400 \text{ kg/m}^3 - 2700 \text{ kg/m}^3$, titik leleh 1050°C dan struktur kristal heksagonal (Chatterjee, 2007).

Ilmenite di Indonesia sangat melimpah sebagai hasil produk samping pengolahan biji timah di pulau Bangka serta mengandung

mineral yang lebih kompleks daripada ilmenite Australia (Wahyuningsih *et al.*, 2014). Kegunaan ilmenite yang paling berpotensi adalah untuk TiO_2 , logam titanium dan produksi besi tetapi hampir 95% dari titanium di seluruh dunia digunakan untuk produksi titania atau TiO_2 dan hanya 5% dari bahan baku titanium yang diubah menjadi logam titanium (Park, 2008). TiO_2 yang terkandung dalam ilmenite alam sebesar 33% - 65% (Nindemona, 2006). Gambar ilmenite dan struktur Kristal ilmenite dapat dilihat pada gambar 1 dan 2.



Gambar III.1. *Ilmenite*



Gambar III. 2. Struktur Kristal *ilmenite* (Wilson *et al.*, 2005)

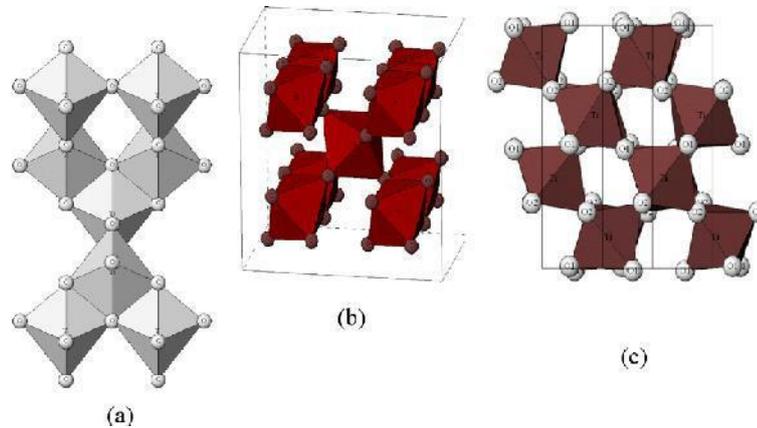
III.1.2. Titanium Dioksida (TiO_2)

Titanium dioksida atau titanium (IV) oksida merupakan bahan semikonduktor yang bersifat inert, stabil terhadap fotokorosi dan korosi oleh bahan kimia. Titanium dioksida atau titanium (TiO_2) diproduksi pertama kali pada tahun 1923. Titanium dioksida (TiO_2) merupakan material padat yang mempunyai banyak kegunaan. Kegunaan dari TiO_2 diantaranya sebagai pigmen putih dalam kertas, cat, plastik, fiber sintetik, dan kosmetik. Titanium dioksida pada umumnya digunakan sebagai pigment putih, selain itu titanium dapat diterapkan dalam katalisis (McColm, I.J., 1983). Bahan baku pembuatan titanium dioksida banyak tersedia di alam (Turney, 1995). Sumber utama titanium (IV) oksida adalah bijih *rutile* (matrik TiO_2) dan ilmenite (FeTiO_3) (Sunarya, 2007).

Titanium dioksida merupakan polimorph yang terdiri dari *anatase*, *brookite* dan *rutile* (Kim *et al.*, 2005; Dastan *et al.*, 2014; Shahini *et al.*, 2011; Chekina *et al.*, 2013). *Anatase* dan *rutile* memiliki struktur kristal tetragonal, sedangkan *brookite* memiliki struktur kristal ortorhombik (Carp, 2004). Struktur kristal TiO_2 dibagi menjadi tiga jenis (Fujishima *et al.*, 1999) yaitu :

- a. *Rutile*, stabil pada suhu tinggi, memiliki bentuk kristal tetragonal, dan terdapat pada batuan beku. Fase *anatase* dan *brookite* akan mengalami transformasi ke fasa *rutile* setelah mencapai ukuran partikel tertentu (Zhang *et al.*, 2000).
- b. *Anatase*, stabil pada suhu rendah dan memiliki bentuk kristal tetragonal. Pada suhu 0 K, fase *anatase* lebih stabil jika dibandingkan dengan fase *rutile* (Muscat *et al.*, 2002).
- c. *Brookite*, memiliki struktur kristal ortorhombik, dan biasanya hanya terdapat pada mineral. Fase *brookite* memiliki volume sel

yang lebih besar dan yang paling padat dari tiga fase dan fase ini sangat jarang digunakan dalam penelitian (Thompson, 2006).



Gambar III. 3. Struktur kristal TiO_2 Fase (A)

Anatase; (B) *Rutile*; (C) *Brookite* (Landmann *et al.*, 2012).

Fase *rutile* terbentuk pada suhu yang tinggi dan mempunyai *bandgapenergi* 3,2 eV, sedangkan *anatase* terbentuk pada temperatur rendah dengan *bandgap* energisebesar 3,2 eV (Brady, 1971). Energi celah pita untuksemikonduktor menunjukkan energi cahaya minimum yang diperlukan untuk menghasilkan elektron pada pita konduksi sehingga menghasilkan konduktivitas listrik dan *hole* pada pita valensi yang mengalami kekosongan elektron (Fujishima *et al.*, 1999).

Kristal anataselebih stabil dibandingkan dengan Kristal rutilesecara termodinamika (Dastan *et al.*, 2014). Kristal anatase stabil pada ukuran kristal kurang dari 11 nm, brookite antara 11 dan 35 nm, dan rutile lebih dari 35 nm (Wang *et al.*, 2010). Kristal TiO_2 fase anatase mempunyai sifat yang lebih aktif daripada rutile dan merupakan fase kristal TiO_2 yang menguntungkan untuk fotokatalisis. Hal ini dikarenakan luas permukaan anatase lebih besar daripada rutile, sehingga sisi aktif per unit anatase lebih besar dibandingkan dengan rutile.Kristal TiO_2 dengan jenis anatase dikenal sebagai fase kristal yang paling reaktif terhadap cahaya, yang

mengakibatkan eksitasi elektron ke pita konduksi dapat dengan mudah terjadi apabila kristal ini dikenai cahaya dengan energi yang lebih besar dari pada celah energinya (Diebold, 2003). Kereaktifan Kristal anatase terhadap cahaya ini disebabkan karena anatase memiliki daerah aktivasi yang lebih luas dibandingkan dengan rutile (Linsebigier et al., 1995). Menurut Mital et al. (2011), dapat dilihat perbandingan sifat struktur kristal pada Tabel 1.

Tabel III.1. Perbandingan Sifat Struktur Kristal (Mital, 2011)

Sifat	<i>Rutile</i>	<i>Anatase</i>	<i>Brookite</i>
Struktur kristal	Tetragonal	Tetragonal	Ortorombik
Konstanta kisi (Å)	a = 4,5936 b = 2,9587	a = 3,784 c = 9,515	a = 9,184 b = 5,447 c = 5,154
Massa Jenis (g/cm ³)	4,13	3,79	3,99
Volume/Molekul (Å ³)	31,2160	34,061	32,172
Ti-O Panjang Ikatan (Å)	1,949 (4)	1,937 (4)	1,87-2,04
	1,980 (2)	1,965 (2)	
O-Ti-O Sudut Ikatan	81,2°	77,7°	77,0° - 105°
	90,0°	92,6°	

Kristal rutile memiliki struktur yang lebih padat dibandingkan dengan anatase karena memiliki densitas yang lebih tinggi daripada anatase dimana densitas rutile sebesar 4.250 gr/cm³ dan anatase sebesar 3.894 gr/cm³ (Gunlauardi, 2001). TiO₂ jenis anatase mempunyai energi celah pita 3,2 eV yang sebanding dengan cahaya UV ($\lambda = 388$ nm) sedangkan energi celah pita untuk TiO₂rutile 3,0 eV yang sebanding dengan cahaya UV ($\lambda = 413$ nm) (Fujishima *etal.*, 1999).

Bentuk mikroskopis dari TiO₂ yaitu kristal dan *amorf*. Bentuk *amorf* artinya bahan tidak memiliki keteraturan susunan atom sehingga tidak memiliki keteraturan pita konduksi dan pita valensi, akan tetapi TiO₂*amorf* juga dikenal memiliki kemampuan untuk mendegradasi

polutan dalam waktu yang tidak singkat. Hal ini disebabkan TiO_2 *amorf* tidak bersifat semikonduktor, sehingga tidak mempunyai kemampuan fotokatalisis (Gunlazuardi, 2001).

Kelebihan dari TiO_2 adalah stabilitas kimia yang tinggi bila terkena senyawa asam dan basa, tidak beracun, biaya yang relatif rendah, dan daya pengoksidasi yang tinggi dan stabil (Castellote dan Bengtsson, 2011). Aplikasi TiO_2 pada umumnya digunakan dalam produk tabir surya karena kemampuannya mengabsorpsi sinar ultra violet (UV), kemampuannya untuk menyerap sinar UV juga dimanfaatkan untuk aplikasi fotokatalis yang dapat digunakan untuk menyingkirkan polutan dari udara dan air (Li dan Ishigaki, 2004). TiO_2 juga dapat diaplikasikan pada DSSC, TiO_2 yang digunakan umumnya berfase *anatase* karena mempunyai luas permukaan yang lebih besar sehingga memiliki kemampuan fotoaktif yang tinggi. Selain itu TiO_2 dengan struktur nanopori yaitu ukuran pori dalam skala nano akan menaikkan kinerja sistem karena struktur nanopori mempunyai karakteristik luas permukaan yang tinggi sehingga akan menaikkan jumlah *dye* yang teradsorpsi yang implikasinya akan menaikkan jumlah cahaya yang terabsorpsi (Zhang dan Banfield, 2000).

Aktivitas fotokatalisis TiO_2 dipengaruhi oleh beberapa faktor. Faktor yang menentukan aktivitas fotokatalis TiO_2 adalah morfologi permukaan, luas permukaan, fasa kristal, kristalinitas (Sutrisno *et al.*, 2005) dan ukuran kristal terutama dalam skala nano (Kustiningsi *et al.*, 2009). Material dengan ukurannano (1-100 nm) memiliki sifat kimia, optik, elektrik dan magnetik yang berbeda dengan material sejenis dengan ukuran besar (bulk). Sifat ini sangat bergantung pada ukuran maupun distribusi ukuran, komponen kimiawi unsur-unsur penyusun material tersebut, keadaan dipermukaan dan interaksi antar atom penyusun material nanostruktur. Keterkaitan sifat parameter-parameter

memungkinkan sifat material memiliki sifat stabilitas termal yang sangat tinggi (Nabok, 2000; Enggrit, 2011). Banyak penelitian mengenai fabrikasi DSSC untuk meningkatkan banyaknya *dye* yang terserap dalam elektroda yang berdasarkan perbedaan struktur nano seperti nanopartikel diantaranya NWs, NRs, nanospheres, nanoflowers, nanofibers, NT (Kanmani *et al.*, 2012).

III.2 Pelindian Ilmenit

Leaching atau ekstraksi padat cair merupakan proses pemisahan zat yang dapat melarut (solut) dari suatu campurannya dengan padatan yang tidak dapat larut (*inert*) dengan menggunakan pelarut cair. *Leaching* merupakan suatu proses pencucian material dengan menggunakan asam kuat yaitu asam sulfat (Zulfalina dan Manaf, 2004) maupun asam klorida (Rayhana dan Manaf, 2012). *Leaching* merupakan proses ekstraksi padat/cair untuk memisahkan suatu senyawa kimia yang diinginkan dari senyawa kimia lain atau pengotor dari padatan ke dalam cairan (Natziger dan Gupta, 1987). Menurut Zhang (2011), metode yang digunakan untuk meningkatkan kemurnian titanium dioksida diantaranya adalah proses *leaching* dengan sulfat atau proses Becher, proses *leaching* klorida.

Proses *leaching* pada umumnya memerlukan suhu yang tinggi karena daya larut akan naik seiring dengan naiknya suhu (Sediawan, 1998). Proses *leaching ilmenite* dilakukan dengan metode *hydrometallurgy*. *Hydrometallurgy* adalah suatu proses pengolahan logam dari bijinya menggunakan pelarut kimia untuk melarutkan partikel tertentu. Proses ini terdiri dari *leaching*, pemurnian dan *recovery* logam (Kamberovic, 2009). Pemurnian *ilmenite* mempunyai keuntungan yang lebih karena menghasilkan pigmen TiO_2 dan hasil samping proses yang berupa Fe_2O_3 dapat menjadi pigmen warna merah.

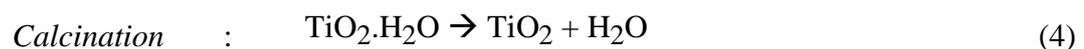
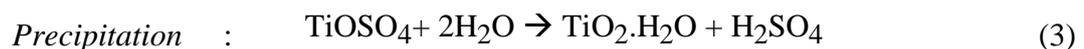
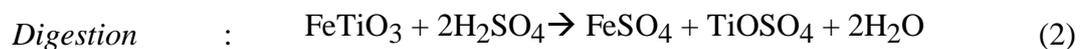
Proses pelarutan dengan menggunakan asam dilakukan karena dapat dengan mudah melarutkan zat dalam *ilmenite*. Asam yang dapat digunakan untuk pelarutan *ilmenite* adalah HCl (proses klorida) (Rayhana dan Manaf, 2012) dan menggunakan H₂SO₄ (proses sulfat) (Zulfalina dan Manaf, 2004). Beberapa peneliti telah menggunakan konsentrasi asam yang lebih rendah dalam upaya yang dapat meningkatkan penggunaan kembali limbah asam (Sasikumar *et al.*, 2004; Liang *et al.*, 2005).

a. Proses Sulfat

Pada tahun 1918, proses sulfat ini dikembangkan oleh Jebsen di Norway (Simon dan Alex, 2007). Biji *ilmenite* dilarutkan dalam larutan asam sulfat dan kemudian nantinya akan membentuk larutan titanium sulfat. Larutan titanium sulfat dimurnikan lebih lanjut dan dilakukan hidrolisis untuk menghasilkan TiO₂.

(Liang *et al.*, 2005). Penggunaan asam sulfat dapat memutuskan ikatan FeTiO₃ membentuk FeSO₄ (Zulfalina dan Manaf, 2004).

Pada proses sulfat, berikut merupakan prediksi reaksi-reaksinya :



III.3. Validasi Proses Pelindian

Validasi Proses merupakan hal yang sangat vital bagi industri dalam hal penjaminan mutu dan memberikan kontribusi yang signifikan

terhadap mutu produk. Prinsip dasar dari Sistem Pemastian Mutu adalah bahwa agar produk dibuat sesuai dengan tujuan penggunaannya, maka tidaklah cukup bila produk jadi hanya sekedar lulus dari serangkaian pengujian, tetapi yang lebih penting adalah bahwa mutu harus dibentuk ke dalam produk tersebut. Mutu, spesifikasi dan keamanan produk harus dirancang dan ditanamkan ke dalam produk. Di samping itu, tiap langkah dalam proses harus terkontrol untuk memastikan produk yang dihasilkan akan senantiasa memenuhi persyaratan. Hal-hal tersebut di atas dapat dipenuhi jika terdapat program validasi yang terencana dengan baik, terpadu dan terintegrasi dengan Sistem Manajemen Mutu yang baik.

Validasi Proses diartikan sebagai tindakan pembuktian yang didokumentasikan bahwa proses yang dilakukan dalam batas parameter yang ditetapkan dapat bekerja secara efektif dan memberi hasil yang dapat terulang untuk menghasilkan produk jadi yang memenuhi spesifikasi dan atribut mutu yang ditetapkan sebelumnya.

Tujuan pelaksanaan Validasi Proses :

- Memberikan dokumentasi secara tertulis bahwa prosedur produksi yang berlaku dan digunakan dalam proses produksi (*Batch Processing Record*), senantiasa mencapai hasil yang diinginkan secara terus menerus.
- Mengurangi problem yang terjadi selama proses produksi.
- Memperkecil kemungkinan terjadinya proses ulang (*reworking process*)

VALIDASI PROSES DENGAN PENDEKATAN LIFECYCLE

Validasi Proses dengan pendekatan “lifecycle” dapat digambarkan dalam bagan sebagai berikut :

TAHAP I : DESAIN PROSES

- Tujuan : mendesain proses yang cocok untuk proses produksi komersial rutin yang akan secara konsisten menghasilkan produk yang memenuhi atribut mutu yang ditetapkan.
- Menentukan proses manufaktur komersial yang nantinya akan tertuang pada dokumen induk produksi dan strategi kontrol proses.

- Presisi Sebagai ukuran kedekatan tersebut adalah nilai menggunakan Percent Relative Standard Deviation (% RSD)
- $$RSD = \frac{SD}{X_{rerata}} \times 100\%$$
- SD = standar deviasi
- X_{rerata} = efisiensi pelindian rerata = rekoveri rerata
- Akurasi = Ketepatan = rekoveri = efisiensi pelindian
- Ketepatan suatu metode adalah kesesuaian antara hasil uji yang diperoleh dan nilai sebenarnya yang diterima
- $$Rekoveri = \frac{Beratunsurterlindi}{Beratunsurdalamumpan} \times 100\%$$
- Berat unsur terlindi = berat unsur dalam umpan – berat unsure dalam residu
- Berat unsur dalam Umpan = berat unsur dalam ilmenit

III.4 Analisis Menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

III.4.1. *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Dasar analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF) adalah pencacahan sinar-X yang dipancarkan oleh suatu unsur akibat pengisian kembali kekosongan elektron pada kulit yang lebih dekat inti karena terjadinya eksitasi elektron oleh elektron yang terletak pada kulit lebih luar. Ketika sinar-X yang berasal dari radioisotop sumber eksitasi menabrak elektron dan akan mengeluarkan elektron kulit dalam, maka akan terjadi kekosongan pada kulit itu. Perbedaan energi dari dua kulit itu akan tampil sebagai sinar-X yang dipancarkan oleh atom. Analisis *X-Ray Fluorescence* bertujuan untuk mengetahui dan mengukur kandungan unsur-unsur yang terdapat dalam suatu senyawa atau mineral. (Skoog *et al.*, 1998).

Spektrometer XRF didasarkan pada lepasnya elektron bagian dalam dari atom akibat dikenai sumber radiasi dan pengukuran intensitas pendar sinar-X yang dipancarkan oleh atom unsur dalam

sampel. Metode ini tidak merusak bahan yang dianalisis baik dari segi fisik maupun kimiawi sehingga sampel dapat digunakan untuk analisis berikutnya. Mekanisme kerja XRF secara umum adalah sinar-X dari sumber pengeksitasi akan mengenai cuplikan dan menyebabkan interaksi antara sinar-X yang karakteristik untuk setiap unsur. Sinar-X tersebut selanjutnya mengenai detector Si(Li) yang akan menimbulkan pulsa listrik yang lemah, pulsa tersebut kemudian diperkuat dengan *preamplifier* dan *amplifier* lalu disalurkan pada penganalisis saluran ganda atau *Multi Chanel Analyzer* (MCA). Tenaga sinar-X karakteristik yang muncul tersebut dapat dilihat dan disesuaikan dengan tabel tenaga sehingga dapat diketahui unsur yang ada di dalam cuplikan yang dianalisis (Iswani, 1983).

Spektrometer XRF tersusun dari tiga komponen utama yaitu sumber radioisotop, detektor dan unit pemrosesan data. Sumber radioisotop adalah isotop-isotop tertentu yang dapat digunakan untuk mengeksitasi cuplikan sehingga menghasilkan sinar-X yang karakteristik. Radioisotop yang dapat digunakan adalah Fe, Co, Cd dan Am. Sumber radioisotop ini dibungkus sedemikian rupa dengan timbal agar penyebaran radiasinya terhadap lingkungan dapat dicegah. Spektrometer XRF yang menggunakan detektor Si(Li) biasanya dimasukkan dalam nitrogen cair. Hal ini dilakukan untuk mengatasi arus bocor bolak-balik yang disebabkan oleh efek termal, sehingga detektor Si(Li) harus dioperasikan pada suhu sangat rendah yaitu dengan menggunakan nitrogen cair (77K) sebagai pendingin. Apabila tidak dilakukan pendinginan maka arus akan bocor dan akan merusak daya pisah detektor. Selain itu pendingin dengan nitrogen cair juga diperlukan untuk menjaga agar ion-ion Li tidak merembes keluar dari kristal dan menyebabkan hilangnya daerah intrinsik (Iswani, 1983).

Teknik analisis dengan XRF lebih banyak digunakan karena cepat, lebih teliti, tidak merusak bahan, dapat digunakan pada cuplikan berbentuk padat, bubuk, cair maupun pasta. Metode analisis XRF ini



adalah metode kalibrasi standar yang pada prinsipnya garis spektra unsur di dalam cuplikan diinterpolasikan ke dalam kurva kalibrasi standar yang dibuat antara intensitas garis spektra unsur yang sama terhadap konsentrasi (standar) (Iswani, 1988).

Persamaan garis kurva standar yang digunakan adalah:

$$Y = aX + b \quad (5)$$

Keterangan :

$$Y = \frac{\text{Cacah area unsur}}{\text{Cacah Compton}}$$

X = Konsentrasi unsur

Cacah compton dalam analisis XRF akan menghasilkan luas puncak compton. Luas puncak compton ini merupakan puncak yang dihasilkan dari pantulan sumber radioisotop. Tenaga yang dihasilkan biasanya sesuai unsur yang nomor atomnya lebih kecil dari sumber tersebut. Cacah unsur akan menghasilkan luas puncak unsur yaitu puncak yang dihasilkan dari pantulan sinar yang tenaganya spesifik untuk setiap unsur.



BAB IV

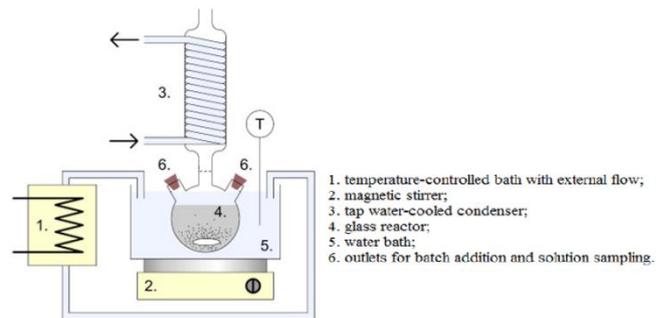
METODOLOGI

1. Bahan yang digunakan

- a. Pasir Ilmenit
- b. H_2SO_4 96% teknis
- c. Air
- d. Serbuk Fe

2. Alat yang digunakan

- a. Rangkaian alat pelindian
- b. Neraca digital
- c. Termometer
- d. Pemanas dan pengaduk magnet
- e. Batang magnet
- f. Gelas beaker
- g. Erlenmeyer
- h. Gelas ukur
- i. Corong kaca
- j. Kertas saring
- k. Botol semprot
- l. Krus porselin
- m. Kalsinator (*Furnace*)
- n. pH meter



o. **Gambar IV.1. Skema rangkaian peralatan pelindian**



Gambar IV. 1. Rangkaian peralatan pelindian yang dipakai

Besaran yang diukur

- Berat padatan hitam atau residu (a gram)
- Kadar unsur dalam residu (%)
- Berat TiO₂ (gram)
- Kadar unsur dalam TiO₂ (%)

Ukuran keberhasilan proses

Efisiensi pelindian

$$\eta_{\text{pelindian unsur}} = \frac{\text{berat unsur terlarut / terlindi}}{\text{berat unsur umpan}} \times 100\% \quad (1)$$

- Berat unsur dalam umpan = kadar unsur x berat ilmenit (umpan), gram
- Berat unsur dalam residu = kadar x berat residu, gram

- Berat unsur yang terlindi = Berat unsur dalam umpan - Berat unsur dalam residu.

$$Efisiensi\ pembentukan\ TiO_2 = \frac{\text{berat } TiO_2 \text{ hasil proses}}{\text{berat } TiO_2 \text{ hasil pelindian}} \times 100\% \quad (2)$$

Selain besaran diatas, diamati juga hubungan antara pH larutan hasil pelindian dan volume larutan.

3. Tata Kerja

3.1. Pelindihan pasir ilmenit

1. Menimbang pasir ilmenit sebanyak 150 gram.
2. Mengisi labu yang akan digunakan untuk pelindihan dengan pasir ilmenit, air sebanyak 221ml dan pelarut H_2SO_4 279 ml.
3. Kemudian menghidupkan alat dan mengeset kecepatan pengaduk 40 rpm dan suhu $160^\circ C$.
4. Setelah pelarut mencapai suhu $160^\circ C$, kemudian, Menunggu waktu proses pelindian selama 3 jam.
5. Setelah 3 jam, kemudian mematikan alat dan mengambil hasil pelindian dengan beker glass.
6. Hasil pelindian berupa padatan pasir ilmenit yang larut dalam asam sulfat pekat. Kemudian hasil pelindian diaduk menggunakan stirrer magnetic agar homogeny.
7. Hasil pelindihan diencerkan dengan menggunakan air sampai 1500ml.
8. Lalu menyaring endapan dengan menggunakan corong dengan kertas saring.
9. Endapan yang diperoleh kemudian dijemur di bawah sinar matahari kemudian dikeringkan di oven hingga kering.
10. Setelah dikeringkan dalam oven ditimbang beratnya, setelah itu dilakukan kalsinasi dengan panas $600^\circ C$ selama 3 jam setelah suhu mencapai $600^\circ C$. kemudian ditimbang hasil furnace/kalsinasi.
11. Hasil digerus/dihaluskan, setelah selesai dilakukan analisis.

3.2 Pelindihan Tingkat II

1. Menimbang 50gram hasil dari pelindihan tingkat I.
2. Mengisi labu yang akan digunakan untuk pelindihan dengan pasir ilmenit, air sebanyak 75ml dan pelarut H_2SO_4 125ml.
3. Kemudian menghidupkan alat dan mengeset kecepatan pengaduk 40 rpm dan suhu $160^{\circ}C$.
4. Setelah pelarut mencapai suhu $160^{\circ}C$, kemudian, Menunggu waktu proses pelindihan selama 3 jam.
5. Setelah 3 jam, kemudian mematikan alat dan mengambil hasil pelindihan dengan beker glass.
6. Hasil pelindihan berupa padatan pasir ilmenit yang larut dalam asam sulfat pekat. Kemudian hasil pelindihan diaduk menggunakan stirrer magnetic agar homogeny.
7. Lalu menyaring endapan dengan menggunakan corong dengan kertas saring.
8. Endapan yang diperoleh kemudian dijemur di bawah sinar matahari kemudian dikeringkan di oven hingga kering.
9. Setelah dikeringkan dalam oven ditimbang beratnya, setelah itu dilakukan kalsinasi dengan panas $600^{\circ}C$ selama 3 jam setelah suhu mencapai $600^{\circ}C$. kemudian ditimbang hasil furnace/kalsinasi.
10. Hasil digerus/dihaluskan, setelah selesai dilakukan analisis.

3.3.Variasi Metode

- **Larutan pelindihan diatur pH 1**

1. Diambil filtrat hasil pelindihan sebanyak 1500ml dan dimasukan dalam beker gelas ukuran 3L dan ditambah air hingga volume 2000 mL.
2. Larutan diatur pH nya menjadi pH 1 dengan NH_4OH , kemudian dipanaskan sambil diaduk, setelah suhu mencapai $90^{\circ}C$ ditambahkan serbuk Fe sebanyak 7gram (proses reduksi) dan pemanasan dan pengadukan dilanjutkan selama 15 menit (proses reduksi).



3. Endapan yang terbentuk disaring.
 4. Endapan dikeringkandalam oven pada suhu 110°C.
 5. Setelah endapan kering di timbang, kemudian dikalsinasi pada suhu 600 °C selama 3 jam.
 6. Hasil kalsinasi ditimbang dan digerus untuk kemudian dilakukan analisis.
- **Larutan hidrolisis diatur pH 11**
 7. Diambil filtrat hasil pelindihan sebanyak 1500ml dan dimasukkan dalam beker gelas ukuran 3L
 8. Larutan dipanaskan sambil diaduk, setelah suhu mencapai 90 °C, ditambahkan serbuk Fe sebanyak 7gram (proses reduksi) selama 15 menit.
 9. Diambil air sebanyak 4000 mL, diatur pHnya dengan menggunakan NH₄OH encer hingga pH menjadi 11 kemudiann dipanaskan hingga mendidih
 10. Larutan hasil reduksi dimasukkan dalam air pH 11 yang telah mendidih sambil terus diaduk dan dipanaskan selama 1,5 jam (proses hidrolisis)
 11. Endapan yang terbentuk disaring.
 12. Endapan dikeringkandalam oven pada suhu 110°C.
 13. Setelah endapan kering di timbang, kemudian dikalsinasi pada suhu 600 °C selama 3 jam.
 14. Hasil kalsinasi ditimbang dan digerus untuk kemudian dilakukan analisis.
 - **Larutan hidrolisis menggunakan air (tanpa diatur pH)**
 1. Diambil filtrat hasil pelindihan sebanyak 1500ml dimasukkan dalam beker gelas ukuran 5 L
 2. Filtrat dipanaskan hingga suhu mencapai 90 °C, setelah suhu mencapai 90 °C, ditambahkan serbuk Fe sebanyak 7gram (proses reduksi) selama 15 menit.
 3. Hasil reduksi dalam keadaan panas disaring

4. Dipanaskan air sebanyak 4000 ml sampai mendidih
5. Dimasukan filtrate hasil reduksi kedalam air mendidih sambil terus dipanaskan dan diaduk selama 1,5 jam
6. Endapan yang terbentuk disaring oven pada suhu 110°C.
7. Setelah itu endapan yang sudah kering di timbang berat, kemudian dikalsinasi pada suhu 600 °C selama 3 jam.
8. Hasil kalsinasi ditimbang dan digerus untuk kemudian dilakukan analisis.

3.4 Analisis menggunakan *X-Ray fluorescence* (XRF)

1. Spektrometer pendar sinar-X dihidupkan dan dipastikan sumber listrik yang digunakan sesuai dengan tegangan yang terpasang pada alat yaitu 220 volt.
2. Sumber listrik PLN dihidupkan dengan alat spektrometer pendar sinar-X dengan menekan handel *drop out relay* pada posisi “ON”.
3. Hidupkan tombol komputer hingga layar monitor terlihat menu *Mastro Think*, kemudian di klik *Mastro Think*, pada monitor keluar rangkaian perintah untuk menjalankan beroperasinya pencacahan, dengan cara memprogram waktu yang diinginkan untuk pencacahan.
4. Hidupkan tombol *Power Supply* naikkan HV secara perlahan (tegangan kerja negatif 100 volt).
5. Tekan perintah menentukan (program) waktu pencacahan dipilih (300 detik) dan tekan “OK”.
6. Sampel diletakkan diatas detektor, dengan sumber radio nuklida (sumber eksitasi).
7. Dipilih sumber detektor sesuai dengan unsur yang diinginkan. Tunggu selama 30 menit untuk MCA (Multi Channel Analyzer) sebelum alat siap di operasikan.
8. Setelah waktu pencacahan ditentukan, maka tekan start selanjutnya alat spektrometer pendar sinar-X mulai beroperasi.
9. Selesai pencacahan simpan data dalam file (nama file) dan dicatat

pada buku *log book*. Bila akan mengambil data dalam file silahkan panggil nama file.

10. Perhitungan atau pengolahan data dilakukan dengan cara komparasi antar sampel dengan standar.

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Pelindian Ilmenit

Pelindian atau *leaching* adalah ekstraksi padat-cair yang merupakan proses ekstraksi suatu konstituen yang dapat larut (*solute*) pada suatu campuran padat dengan mempergunakan pelarut. Reaksi pelindian yang terjadi bisa antara oksida basa dengan asam dan basa dengan asam. Oksida basa akan bereaksi dengan larutan asam membentuk garam dan air atau reaksi antara basa dengan asam (C.SASIKUMAR, 2007).

Identifikasi mineral-mineral yang terkandung dalam ilmenit dan sampel hasil proses dilakukan melalui analisis dengan menggunakan XRF dengan sumber eksitasi Am-241. Berikut ini data hasil analisis XRF kadar unsur dan kadar senyawa oksida pada pasir ilmenit seperti terlihat pada Tabel V.1

Tabel V.1. Analisis ilmenit hasil tailing pasir zirkon

Kadar unsur, %			Kadar Senyawa oksida, %		
Ti	Fe	Sn	Ti	Fe	Sn
32,1342	27,3749	0,4898	56,2349	35,1963	0,5558

Proses pelindian ilmenit ini mempengaruhi pada kadar besi dan titanium yang terlarut. Asam sulfat digunakan pada proses pelindian ilmenit karena mempunyai daya larut yang tinggi terhadap ilmenit dan memiliki titik didih yang relatif tinggi.

Pasir ilmenit yang berwarna hitam ini direaksikan dengan H₂SO₄ 60%. Konsentrasi asam sulfat yang digunakan sangat berpengaruh pada banyaknya titanium yang terlarut dari ilmenit. Hasil optimasi pelindian ilmenit dari tailing timah telah dilakukan pada penelitian sebelumnya Kondisi optimum yang diperoleh adalah setiap 50 gr ilmenit dilindi dengan H₂SO₄ 60% sebanyak 200 mL pada suhu 145°C selama 3 jam (Zulkarnaien, 2018).

Larutan hasil pelindian yang berwarna coklat susu disaring dan mendapatkan endapan berwarna abu-abu dan filtrat berwarna coklat teh. Filtrat hasil pelindian akan diproses lanjut yaitu proses reduksi untuk menghilangkan Fe yang masih terdapat pada filtrat hasil pelindian. Reaksi kimia pada proses pelindian ini adalah sebagai berikut:



Pada proses pelindian tidak terjadi reaksi yang sempurna, sehingga setelah dilakukan pengenceran dan filtrasi maka yang tidak bereaksi pada proses pelindiantetap dalam padatan atau residu. Sedangkan yang bereaksi akan berada dalam larutan. Sisa proses pelindian atau residu pada tiap pengulangan proses dan kadar unsure yang terdapat dalam residu ditampilkan dalam Tabel V.2

Tabel V.2. Data pengulangan pelindian terhadap berat residu dan kadar unsur dalam residu

Pelindian Ke	Berat Residu,g	Kadar unsur, %		
		Ti	Fe	Sn
Umpan/ilmenit	50	32,134	27,375	0,490
1	9,4308	19,424	7,610	0,817
2	7,761	20,905	9,933	0,875
3	9,0268	20,760	11,495	0,974
4	8,3558	10,855	6,252	0,548
5	8,5573	19,466	8,924	0,849
6	7,9479	13,245	9,493	0,870
7	5,5358	11,501	6,866	0,748
8	6,7478	15,316	9,266	1,023
9	7,9213	11,188	8,867	0,984
10	8,1313	17,345	9,729	0,834

Dari data pengulangan pelindihan yang ditampilkan dalam Tabel V.2 dapat dilihat bahwa berat reidu yang didapat rata-rata dibawah 10 gram, dengan

kadar masing-masing unsur yaitu Ti, Fe dan Sn lebih kecil disbanding dengan kadar unsur dalam umpan atau ilmenit.

Sebagai ukuran keberhasilan proses pelindian ilmenit adalah besarnya efisiensi masing-masing yang dapat terlindi. Besarnya efisiensi pelindian Ti, Fe dan Sn unsur pada setiap pengulangan pelindian ditampilkan dalam Table V.3

Tabel V.3. Kadar Berat unsur dalam residu dan efisiensi pelindian unsur dalam ilmenit

Pelindian Ke	Berat unsur, g			Efisiensi pelindian, %		
	Ti	Fe	Sn	Ti	Fe	Sn
Umpan	1606,712093	1368,7433	27,7910			
1	183,18838	71,77159	7,7051	88,5986	95,5330	99,5204
2	162,24366	77,08948	6,7921	89,9021	95,2020	99,5773
3	187,39313	103,75884	8,7934	88,3369	93,5422	99,4527
4	90,70435	52,23716	4,5750	94,3547	96,7488	99,7153
5	166,57332	76,36948	7,2693	89,6327	95,2468	99,5476
6	105,26947	75,45044	6,9183	93,4481	95,3040	99,5694
7	63,66520	38,00682	4,1386	96,0375	97,6345	99,7424
8	103,35058	62,52600	6,9011	93,5676	96,1085	99,5705
9	88,61976	70,24066	7,7942	94,4844	95,6283	99,5149
10	141,04060	79,10872	6,7810	91,2218	95,0764	99,5780

Dari 10 (sepuluh) kali pengulangan pelindian tampak bahwa unsur Fe lebih mudah larut dalam H_2SO_4 dibanding Ti dan Sn hal ini terlihat dari besarnya efisiensi pelindian Sn yaitu diatas 99% lebih besar dari Ti (88% - 96%) dan Fe (93% sampai 97%).

2. Validasi proses pelindian

Validasi atau Verifikasi proses bertujuan untuk memastikan dan mengkonvermasi bahwa metode proses tersebut sudah sesuai untuk peruntukannya. Parameter verifikasi mirip dengan validasi tetapi tidak sekomplit

validasi. Adapun parameter yang dilakukan dalam validasi adalah akurasi, presisi, selektivitas, linier atau rentang, ketangguhan metode. Untuk memperoleh keyakinan bahwa prosedur yang sudah ditetapkan pada pelindian ilmenit mendapatkan keyakinan bahwa proses pelindian mempunyai kedapatan ulang yang tinggi atau baik maka dilakukan validasi proses pelindian Ti, Fe dan Sn dalam ilmenit. Proses pelindian ilmenit dilakukan pengulangan pelindian sebanyak 10 kali. Pengambilan data hasil proses pelindian adalah dengan mengetahui perubahan berat dan kadar unsur dalam ilmenit sebelum proses pelindian (berat dan kadar unsur dalam umpan) dan berat dan kadar unsur dalam residu. Parameter yang dilakukan pada verifikasi proses pelindian adalah presisi dan akurasi. Pada Tabel V.2 ditampilkan data hasil pengulangan pelindian ilmenit terhadap berat residu dan kadar unsurnya.

Simpangan Baku

$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2},$$

No	Berat ,g		Efisiensi Pelindian, %			$x_i - X_{rata}$ efisiensi			$(x_i - X_{rata})^2$ efisiensi		
	umpan	residu	Ti	Fe	Sn	Ti	Fe	Sn	Ti	Fe	Sn
1	50	9,4308	88,5986	95,5330	99,5204	-3,3599	-0,0694	-0,0584	11,2888	0,0048	0,0034
2	50	7,761	89,9021	95,2020	99,5773	-2,0563	-0,4004	-0,0016	4,2284	0,1603	0,0000
3	50	9,0268	88,3369	93,5422	99,4527	-3,6216	-2,0603	-0,1261	13,1158	4,2448	0,0159
4	50	8,3558	94,3547	96,7488	99,7153	2,3962	1,1464	0,1364	5,7419	1,3141	0,0186
5	50	8,5573	89,6327	95,2468	99,5476	-2,3258	-0,3556	-0,0313	5,4092	0,1265	0,0010
6	50	7,9479	93,4481	95,3040	99,5694	1,4897	-0,2984	-0,0094	2,2192	0,0890	0,0001
7	50	5,5358	96,0375	97,6345	99,7424	4,0791	2,0320	0,1636	16,6392	4,1292	0,0268
8	50	6,7478	93,5676	96,1085	99,5705	1,6091	0,5060	-0,0084	2,5893	0,2560	0,0001
9	50	7,9213	94,4844	95,6283	99,5149	2,5260	0,0258	-0,0639	6,3805	0,0007	0,0041
10	50	8,1313	91,2218	95,0764	99,5780	-0,7366	-0,5261	-0,0009	0,5426	0,2768	0,0000
	X rerata =		91,9584	95,6025	99,5788						
	Jumlah =					0,0000	0,0000	0,0000	68,1550	10,6023	0,0699
	Simpangan baku (SD) =								3,78639	0,58902	0,00388

Akurasi = ketepatan = rekoveri = efisiensi pelindian

Ketepatan suatu metode adalah kesesuaian antara hasil uji yang diperoleh dan nilai sebenarnya yang diterima

$$Rekoveri = \frac{\text{Berat unsur terlindi}}{\text{Berat unsur dalam umpan}} \times 100\%$$

Berat unsur terlindi = berat unsur dalam umpan – berat unsur dalam residu

Berat unsur dalam Umpan = berat unsur dalam ilmenit

TABLE 5 Levels and Ranges for Determining Accuracy

Test	Level	Range	Accuracy
			Acceptance criteria
Assay/CU	3 levels in triplicate	70%, 100%, 130%	±2% (98.0% to 102.0%) average for each level
Dissolution	3 levels in triplicate	20–35%, 50–80%, and 100–130%	±5% (95.0% to 105.0%) average for each level
Related substances	1 level in triplicate	LOQ to 1% of analyte concentration	±20.0% (80.0% to 120.0%) average for each level
Cleaning surface validation	3 levels in triplicate	LOQ to 20 times LOQ	±50.0% (50.0% to 150.0%) average for each level

Proses pelindian ilmenit masuk dalam katagori tes Related substances yang hanya menggunakan satu kadar umpan (satu macam sampel).

Hasil perhitungan rekoverti atau efisiensi pelindian Ti dan unsur yang lain dapat dilihat pada Tabel V.2. Sebanyak 10 kali pengulangan pelindian ilmenit rerata rekoverti adalah 91,958%. Harga rekoverti tersebut telah memenuhi kriteria penerimaan yaitu masuk di rentang angka 80 -120%.

Presisi Sebagai ukuran kedekatan tersebut adalah nilai menggunakan Percent Relative Standard Deviation (% RSD)

Table 4 Analyte Concentration Versus Precision Within or Between Days

Analyte (%)	Analyte ratio	Unit	RSD (%)
100	1	100%	1.3
10	10 ⁻¹	10%	1.8
1	10 ⁻²	1%	2.7
0.1	10 ⁻³	0.1%	3.7
0.01	10 ⁻⁴	100 ppm	5.3
0.001	10 ⁻⁵	10 ppm	7.3
0.0001	10 ⁻⁶	1 ppm	11
0.00001	10 ⁻⁷	100 ppb	15
0.000001	10 ⁻⁸	10 ppb	21
0.0000001	10 ⁻⁹	1 ppb	30

Source: Ref. 19.

$$RSD = \frac{SD}{X_{rerata}} \times 100\%$$

SD = standar deviasi

X_{rerata} = efisiensi pelindian rerata = rekoveri rerata

$$\begin{aligned}
 RSD &= \frac{3,78639}{91,9584} \times 100\% \\
 &= 4,117501\%
 \end{aligned}$$

Kriteri penerimaan untuk presisi Relative Standard Deviation (RSD) adalah adalah kurang dari 1,3%, sedang hasil validasi diperoleh RSD sebesar 4,1175% ini menunjukkan bahwa hasil validasi tidak presisi. Hal ini juga dapat dilihat dari berat residu pelindian yang dilakukan 10 kali rentang beratnya cukup besar.

Dari hasil validasi pelindian ilmenit pada percobaan ini dapat disimpulkan bahwa akurasi tinggi tetapi kurang presisi.

3. Sintesa TiO₂ dari ilmenit

Variasi metode sintesis TiO₂

Tabel V.4. Pengaruh metode sintesis TiO₂ terhadap berat TiO₂ yang terbentuk, kadar unsur dan Kadar oksida Ti, Fe dan Sn

Metode	Berat TiO ₂ terbentuk, g	Kadar unsur, %			Kadar senyawa oksida, %		
		Ti	Fe	Sn	Ti	Fe	Sn
Umpan/ilmenit	50	32,1342	27,3749	0,4898	56,2349	35,1963	0,5558
pH 1	15,968	54,586	0,000	0,098	96,051	0,000	0,1110
pH 11	11,98	51,9721	0,0000	0,1112	90,951	0,000	0,126
Air	10,625	55,0391	0,0325	0,1228	96,319	0,042	0,139

Dari ketiga metode yang digunakan untuk sintesis TiO₂ dari hasil pelindian ilmenit seperti tampak pada Tabel V.4 dengan cara hidrolisis menggunakan air tanpa mengatur pH ternyata diperoleh kadar TiO₂ yang paling baik yaitu dengan melihat kadar TiO₂ yang diperoleh paling besar yaitu 96,319%. Sebagai ukuran keberhasilan proses sintesis TiO₂ selain kadar TiO₂ yang diperoleh besar juga rekoveri juga besar.

Pada proses sintesis TiO₂ dari ilmenit yang diawali dari proses pelindian, pengenceran reduksi dan hidrolisis serta kalsinasi akan dapat diketahui efisiensi /rekoveri pembentukan TiO₂. Dari hasil analisis ilmenit sebagai umpan proses sintesis telah diketahui berat ilmenit yang diproses serta kadar unsur Ti di dalamnya maka akan dengan mudah kita dapat mengetahui efisiensi pembentukan TiO₂ yang dihasilkan dari proses tersebut.

kadar TiO₂ dalam ilmenit = 56,2349%

TiO₂ dalam 50 gr ilmenit = 50 X 56,2349 % = 28,1145 g

TiO₂ dalam larutan pelindian tiap 1500 ml = 91,9594% = 28,1145 x 0,919594 = 25,8566 g

Dengan mengetahui berat TiO₂ dalam larutan hasil pelindian pada Tabel V.5 ditampilkan efisiensi atau rekoveri pembentukan TiO₂ pada 3 metode sintesis yang telah dilakukan.



Tabel V.5. Rekoveri atau efisiensi pembentukan TiO_2 pada berbagai metode sintesis TiO_2

Metode	Efisiensi pembentukan TiO_2 , %
pH 1	58,6625
pH 11	46,3324
Air	41,0920

Dari ketiga metode proses sintesis yang dilakukan menunjukkan bahwa efisiensi pembentukan TiO_2 terbesar adalah dengan metode pengaturan pH larutan hidrolisis pada pH 1 yaitu 58,66% dengan kadar $TiO_2 = 96,015\%$. Kadar TiO_2 yang dihasilkan dari hidrolisis pada pH 1 sedikit lebih kecil jika dibandingkan dengan hidrolisis menggunakan air yang tanpa mengatur pH yaitu kadar $TiO_2 96,319\%$.

BAB VI

PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil percobaan yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa pelindian atau leaching ilmenit sebanyak 50 gram yang dilakukan dengan H_2SO_4 60% dengan pengulangan pelindian 10 kali residu atau sisa pelindiannya kurang dari 10 gram dan dengan efisiensi pelindian Fe rata-rata 95,60% , efisiensi pelindian Ti = 91,96% dan efisiensi pelindian Sn = 99,58%. Hasil validasi pelindian Ti diperoleh harga akurasi adalah 91,958% memenuhi persyaratan 80 – 120%, sedangkan RSD proses pelindian Ti sebesar 4,1175% harga lebih besar dari kriteria penerimaan SRD. Hasil sintesis TiO_2 dari ilmenit tailing timah di Bangka dengan metode hidrolisis yang diatur pH = 1 diperoleh hasil yang terbaik yaitu kadar TiO_2 = 96,015% dengan efisiensi pembentukan (rekoveri) TiO_2 = 58,66%.

B. Saran

Untuk meningkatkan kadar TiO_2 dan rekoveri sintesis TiO_2 perlu dilakukan dengan variable proses yang lain seperti volume larutan hidrolisis, berat reduktor dan waktu hidrolisis.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Mikrajudin dan Khairurrijal. 2010. *Karakterisasi Nanomaterial Teori, Penerapan dan Pengolahan Data*. Bandung : Rezeki Putra Bandung.
- Adipuri, Andrew. Et al. 2011. “*Chlorination of Reduced Ilmenite Concentrates and Synthetic Rutile*” International Journal of Mineral Processing, 100 : 166 –171.
- Bray, Joseph M.. 1996. “*Ilmenite Hematite-Magnetite Relations in Some Emery Ores*” Opaque Minerals in Emery Ores : 162 – 171.
- Chernet, T.. 1999. “*Effect of Mineralogy and Texture in The TiO₂ Pigment Production Process of The Tellnes Ilmenite Concentrate*” Mineralogy and Petrology : 21 – 32.
- Diebold, U. 2003. “*The Surface Science of Titanium Dioxide*” Surface science report 48: 53-229.
- Fujishima, A., K. Hashimoto, T. Watanabe. 1999. *TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Applications*. B.K.C, Inc. Japan.
- C.SASIKUMAR, D.S. RAO, S.SRIKANT, N.K. MUKHOPADHYAY, 2007 *Dissolution studies of Mechanically Activated Manavalakurichi Ilmenite with HCl and H₂SO₄*, Department of metallurgy Institute of Technology, Banaras Hindu University, Varanasi, India.
- Gunlazuardi, J. 2001. *Fotokatalisis pada Permukaan TiO₂ : Aspek Fundamental dan Aplikasinya*. Seminar Nasional Kimia Fisika II. Jurusan kimia, FMIPA, Universitas Indonesia
- Konstantinou, Ioannis K. dan T.A. Albanis. “*TiO₂-assisted Photocatalytic Degradation of Azo Dyes in Aqueous Solution: Kinetic and Mechanistic Investigations: A Review*” Applied Catalysis B: Environmental, (2004), 49, 1-14.
- Li, Chun. Et al. 2007. “*Dissolution of Mechanically Activated Panzhihua Ilmenites in Dilute Solutions of Sulphuric Acid*” Hydrometallurgy 89 : 1 – 10.

Movahedi, M. Et al. 2008. “*Photodegradation of Congo Red in Aqueous Solution on ZnO as an Alternative Catalyst to TiO₂*” Journal Of The Iranian Chemical Society : 570 – 577.

Nagaveni, K. Et al. 2004. “*Synthesis and Structure of Nanocrystalline TiO₂ with Lower Band Gap Showing High Photocatalytic Activity*” American Chemical Society : 2900 – 2905.

Sankapal, B.R.. 2005. “*Synthesis and Characterization of Anatase-TiO₂ Thin Films*” Applied Surface Science 239 : 165 – 170 .Shriver, D.F. dan P.W Atkins. 1999. *Inorganic Chemistry*. New York: Oxford University Press.

Wilson, N. C.. 2005. “*Structure and properties of ilmenite from first principles*” Physical Review B 71 : 0752021 – 07520210.

Zhang, Li. Et al. 2010. “*Hydrochloric Acid Behavior of Mechanically Activated Panxi Ilmenite*” Separation and Purification Technology 73: 173-178.

<http://www.chemicool.com/definition/spectronic20.html> (senin, 23 juli 2018)

<http://www.myzone.okezone.com/trimex-sands-pemerintah-teken-mou-proyek-titanium> (kamis, 26 juli 2018)

<http://www.ruby.colorado.edu/~smyth/min/tio2.html> (kamis, 26 juli 2018)

<http://www.serc.carleton.edu>(selasa, 14 agustus 2018)

International Conference on Harmonization(ICH) of Technical Requirements for the Registration of Pharmaceuticals for Human Use, Validation of analytical procedures: Methodology, ICH-Q2B, Geneva 1996.

LAMPIRAN

Data pengulangan pelindian terhadap berat residu dan kadar unsur dalam residu

Pelindian Ke	Berat Residu, g	Kadar unsur, %		
		Ti	Fe	Sn
Umpan/ilmenit	50	32,134	27,375	0,490
1	9,4308	19,424	7,610	0,817
2	7,761	20,905	9,933	0,875
3	9,0268	20,760	11,495	0,974
4	8,3558	10,855	6,252	0,548
5	8,5573	19,466	8,924	0,849
6	7,9479	13,245	9,493	0,870
7	5,5358	11,501	6,866	0,748
8	6,7478	15,316	9,266	1,023
9	7,9213	11,188	8,867	0,984
10	8,1313	17,345	9,729	0,834

Kadar Berat unsur dalam residu dan efisiensi pelindian unsur dalam ilmenit

Pelindian Ke	Berat unsur, g			Efisiensi pelindian, %		
	Ti	Fe	Sn	Ti	Fe	Sn
Umpan	1606,712093	1368,7433	27,7910			
1	183,18838	71,77159	7,7051	88,5986	95,5330	99,5204
2	162,24366	77,08948	6,7921	89,9021	95,2020	99,5773
3	187,39313	103,75884	8,7934	88,3369	93,5422	99,4527
4	90,70435	52,23716	4,5750	94,3547	96,7488	99,7153
5	166,57332	76,36948	7,2693	89,6327	95,2468	99,5476

6	105,26947	75,45044	6,9183	93,4481	95,3040	99,5694
7	63,66520	38,00682	4,1386	96,0375	97,6345	99,7424
8	103,35058	62,52600	6,9011	93,5676	96,1085	99,5705
9	88,61976	70,24066	7,7942	94,4844	95,6283	99,5149
10	141,04060	79,10872	6,7810	91,2218	95,0764	99,5780

Simpangan Baku

$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}$$

No	Berat ,g		Efisiensi Pelindian, %			$X_i - X_{rata}$ efisiensi			$(X_i - X_{rata})^2$ efisiensi		
	umpan	residu	Ti	Fe	Sn	Ti	Fe	Sn	Ti	Fe	Sn
1	50	9,4308	88,5986	95,5330	99,5204	-3,3599	-0,0694	-0,0584	11,2888	0,0048	0,0034
2	50	7,761	89,9021	95,2020	99,5773	-2,0563	-0,4004	-0,0016	4,2284	0,1603	0,0000
3	50	9,0268	88,3369	93,5422	99,4527	-3,6216	-2,0603	-0,1261	13,1158	4,2448	0,0159
4	50	8,3558	94,3547	96,7488	99,7153	2,3962	1,1464	0,1364	5,7419	1,3141	0,0186
5	50	8,5573	89,6327	95,2468	99,5476	-2,3258	-0,3556	-0,0313	5,4092	0,1265	0,0010
6	50	7,9479	93,4481	95,3040	99,5694	1,4897	-0,2984	-0,0094	2,2192	0,0890	0,0001
7	50	5,5358	96,0375	97,6345	99,7424	4,0791	2,0320	0,1636	16,6392	4,1292	0,0268
8	50	6,7478	93,5676	96,1085	99,5705	1,6091	0,5060	-0,0084	2,5893	0,2560	0,0001
9	50	7,9213	94,4844	95,6283	99,5149	2,5260	0,0258	-0,0639	6,3805	0,0007	0,0041
10	50	8,1313	91,2218	95,0764	99,5780	-0,7366	-0,5261	-0,0009	0,5426	0,2768	0,0000
X rerata =			91,9584	95,6025	99,5788						
Jumlah =						0,0000	0,0000	0,0000	68,1550	10,6023	0,0699
Simpangan baku (SD) =									3,78639	0,58902	0,00388

Pengaruh metode sintesis TiO_2 terhadap berat TiO_2 yang terbentuk, kadar unsur dan Kadar oksida Ti, Fe dan Sn

Metode	Berat TiO_2 terbentuk, g	Kadar unsur, %			Kadar senyawa oksida, %		
		Ti	Fe	Sn	Ti	Fe	Sn
Umpan/ilmenit	50	32,1342	27,3749	0,4898	56,2349	35,1963	0,5558
pH 1	15,968	54,586	0,000	0,098	96,051	0,000	0,1110
pH 11	11,98	51,9721	0,0000	0,1112	90,951	0,000	0,126
Air	10,625	55,0391	0,0325	0,1228	96,319	0,042	0,139

Rekoveri atau efisiensi pembentukan TiO_2 pada berbagai metode sintesis TiO_2

Metode	Efisiensi pembentukan TiO_2 , %
pH 1	58,6625
pH 11	46,3324
Air	41,0920



Ilmenit



proses pelindihan



Penyaringan



Reduksi



Penyaringan hasil



hasil setelah oven



Hasil setelah kalsinasi



pasir ilmenit



asam sulfat pekat



1 set alat pelindihan



LEMBAR KONSULTASI DENGAN DOSEN PEMBIMBING

Nama : Dwi Rahmawati
 NIM : 211502960
 Jurusan /Program Studi : S1 Teknik kimia .
 Praktek di perusahaan : Badan Tenaga Nuklir Yogyakarta .
 Tanggal Pelaksanaan PKL : 16 Juli - 16 Agustus 2018 .
 Dosen Pembimbing PKL : ~~Hu Suyani, S.S.T.~~ Bp. Narimo, ST. M.M .

No.	Tanggal	Konsultasi	Tanda tangan Dosen Pembimbing
1.	12/7/18	Bimbingan sebelum PKL.	Narimo
2.	18/7/18	konsultasi tugas PKL	Narimo
3.	21/11/18	konultasi laporan PKL	Narimo
4.	26/11/18	Revisi laporan PKL	Narimo
5.	28/11/18	Revisi Ekporsan PKL.	Narimo

Dinyatakan selesai PKL
 Tanggal : 20 Desember 2018 .
 Dosen Pembimbing PKL
 (Narimo , ST. M.M .)



LEMBAR KONSULTASI DENGAN PEMBIMBING LAPANGAN

Nama : Dwi Rahmawati
 NIM : 21502760
 Jurusan /Program Studi : S1 Teknik Kimia
 Praktek di perusahaan : Badan Tenaga Nuklir Nasional - Yogyakarta
 Tanggal Pelaksanaan PKL : 16 Juli - 16 Agustus 2018
 Pembimbing Lapangan : Ibu. Suprihati, S-Str.

No.	Tanggal	Konsultasi	Tanda tangan Pembimbing Lapangan
1.	10/07/18	Penentuan judul	JTS
2.	11/07/18	Pengarahan proteksi radiasi.	JTS
3.	16/07/18	Revisi	JTS
4.	30/07/18	Variasi pH, oven, kalistrasi.	JTS
5.	6/08/18	Variasi metode, oven, kalistrasi.	JTS
6.	9/08/18	Variasi volume, oven, kalistrasi.	JTS
7.	13/08/18	Analisis	JTS

Dinyatakan selesai PKL
 Tanggal : 16 Agustus 2018
 Pembimbing Lapangan

(.....
 Suprihati
))



BADAN TENAGA NUKLIR NASIONAL
PUSAT SAINS DAN TEKNOLOGI AKSELERATOR

SURAT TUGAS

No. : 144/H3.04/13.07.2018

Yang bertanda tangan di bawah ini menugaskan mahasiswa Program Studi S1 Teknik Kimia Universitas Setia Budi :

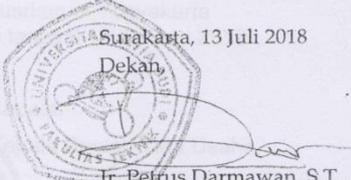
No.	NIM	Nama
1	21150273D	Yoga Nurhadi Setiawan
2	21150276D	Dwi Rahmawati
3	21150277D	Deby Amanda
4	21150278D	Bonaris Doli Siregar

Untuk melaksanakan Kerja Praktek di Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) tanggal 16 Juli 2018 - 16 Agustus 2018, dan bersedia mengikuti tata tertib yang berlaku pada perusahaan.

Demikian surat tugas ini diterbitkan untuk dapat dilaksanakan sebaik-baiknya, dan menyampaikan laporan secara tertulis kepada Pimpinan Universitas Setia Budi setelah selesai melaksanakan tugasnya.

Surakarta, 13 Juli 2018

Dekan,



Ir. Petrus Darmawan, S.T., M.T.
NIS. 01199905141068



Telaah dilaksanakan dengan baik
Bid. Teknologi Proses

Hanti, S.S.T.
6306151984022001



**BADAN TENAGA NUKLIR NASIONAL
PUSAT SAINS DAN TEKNOLOGI AKSELERATOR**

JL. Babarsari Kotak Pos 6101 ykbb YOGYAKARTA 55281 TEL. 488435-484436 FAX (0274) 489762 E-mail: psta@batan.go.id

SERTIFIKAT

Nomor: B-0444/BATAN/STA/DL 02 01/01/2019

Kepala Pusat Sains dan Teknologi Akselerator – Badan Tenaga Nuklir Nasional (PSTA – BATAN) dengan ini menerangkan bahwa mahasiswa tersebut di bawah ini :

Nama & Nomor Induk mahasiswa: Dwi Rahmawati - 21150276D
Tempat, tanggal lahir : Boyolali, 25 Maret 1998
Pendidikan : Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik - Universitas Setia Budi Solo

telah selesai melaksanakan Praktek Kerja di Bidang Teknologi Proses, PSTA - BATAN pada 16 Juli - 16 Agustus 2018 (1 bulan), dengan Judul: "Pengaruh reduktor dan pH hidrolisis pada sintesa TiO₂ dari ilmenit Bangka", Pembimbing: Suyanti, SST

Sertifikat ini dapat dipergunakan sebagaimana mestinya.

Dikeluarkan di Yogyakarta
Pada tanggal 10 Januari 2019



an. Kepala,
Kepala Bagian Tata Usaha,
Yudho Pramono, ST
19690601 199001 1 001



BADAN TENAGA NUKLIR NASIONAL
PUSAT SAINS DAN TEKNOLOGI AKSELERATOR

Jl. BABARSARI KOTAK POS 6101 YOGYAKARTA 55281 TEL. 488435-084436 FAX (0274) 487824 E-mail: psta@batan.go.id

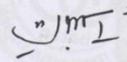
Nama & Nomor Induk : Dwi Rahmawati - 21150276D
 Pendidikan : Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik - Universitas Setia Budi Solo
 Judul Praktek Kerja : Pengaruh reduktor dan pH hidrolisis pada sintesa TiO₂ dari ilmenit Bangka

Penilaian Praktek Kerja :

I. Aspek Perilaku		Nilai
1.	Etika	90
2.	Disiplin	90
3.	Kerja sama	90
II. Aspek Keterampilan		
1.	Penanganan bahan pemeriksaan	90
2.	Pemeriksaan/cara kerja	90
3.	Laporan hasil pemeriksaan kerja	90
Jumlah		540
Nilai Akhir = $\frac{\text{jumlah nilai}}{6} = \frac{540}{6} =$		90

Yogyakarta, 10 Januari 2019

Pembimbing PSTA – BATAN



Suyanti, SST
 NIP 19630615 198402 2 001

Jadwal Kerja Praktek
BATAN (Badan Tenaga Nuklir Yogyakarta)

Nama : Dwi Rahmawati
Unit : Bagian Teknologi Proses
Periode : 16 Juli – 16 Agustus 2018

Nama Kegiatan	Tanggal kegiatan Bulan Juli 2018															
	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
Pelindihan																
Penyaringan hasil pelindihan																
Pengeringan																
Kalsinasi																
Variasi Metode																
Analisis dengan XRF																

Nama Kegiatan	Tanggal kegiatan Bulan Agustus 2018															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
Pelindihan																
Penyaringan hasil pelindihan																
Pengeringan																
Kalsinasi																
Variasi Metode																
Analisis dengan XRF																